

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-091892

(43)Date of publication of application : 25.03.2004

(51)Int.Cl.

C23C 8/24

C23C 8/26

(21)Application number : 2002-256934

(71)Applicant : KAGAYA TADAHARU  
KAGAYA EIJI

(22)Date of filing : 02.09.2002

(72)Inventor : KAGAYA TADAHARU  
KAGAYA EIJI  
KUBOTA HIROTAE

## (54) PROCESS FOR NITRIDING METAL PRODUCT

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a nitriding process for relatively easily and inexpensively forming a nitride layer on a metal product.

SOLUTION: The metal product to be nitrified is heated to a nitriding temperature in the presence of a gas to react the metal product with a nitrogen component in a nitriding agent and form the nitride layer on its surface. Here, the gas is generated by heating the nitriding agent which is a nitrogen-containing raw material of a thermosetting resin such as dicyandiamide or a nitrogen-containing thermosetting resin such as melamine resin, urea resin, phenol resin and polyurethane resin. The nitriding agent is preferably obtained by recovering a discarded thermoplastic resin product. By using the recovered resin product as the nitriding agent, effective resource use and reduced nitriding cost can be achieved.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.05.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 09.05.2006

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-91892

(P2004-91892A)

(43) 公開日 平成16年3月25日(2004.3.25)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C23C 8/24

C23C 8/26

F1

C23C 8/24

C23C 8/26

テーマコード(参考)

4K028

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2002-256934 (P2002-256934)

(22) 出願日 平成14年9月2日(2002.9.2)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成14年3月1日発行の「日本機械学会 東海学生会 第33回学生会卒業研究発表講演会 講演前刷集」に発表

(71) 出願人 302043343

加賀谷 忠治

愛知県春日井市不二が丘3-58-3

(71) 出願人 502319501

加賀谷 英治

愛知県春日井市不二が丘3-58-3

(74) 代理人 100081695

弁理士 小倉 正明

(72) 発明者 加賀谷 忠治

愛知県春日井市不二が丘3-58-3

(72) 発明者 加賀谷 英治

愛知県春日井市不二が丘3-58-3

(72) 発明者 久保田 普堪

静岡県浜松市野口町420-5

Fターム(参考) 4K028 AA02 AB01 AB02 AC07 AC08

(54) 【発明の名称】 金属製品の窒化方法

(57) 【要約】

【課題】 比較的簡単で、かつ安価に金属製品に対して窒化層を形成する窒化方法を提供する。

【解決手段】 ジシアンジアミド等の熱硬化性樹脂の窒素分を含む原料、又はメラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂又はポリウレタン樹脂等の窒素分を含む熱硬化性樹脂を窒化剤とし、この窒化剤を加熱することにより発生したガスの存在下において、窒化対象とする金属製品を窒化温度に加熱することにより窒化剤中の窒素分と金属製品とを反応させて金属製品の表面に窒化層を形成する。

前述の窒化剤は、廃棄された熱硬化性樹脂製品を回収して得たものであることが好ましく、このようにして回収された樹脂製品を窒化剤とすることにより資源の有効利用を図ることができると共に、窒化に際して生じるコストを低減することが可能となる。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

窒素分を含む熱硬化性樹脂、又は前記熱硬化性樹脂の原料のうち窒素分を含むものの中から選択された少なくとも一種類の窒素含有物質を窒化剤とし、この窒化剤の加熱により発生したガスの存在下で、窒化处理の対象とする鉄又は非鉄金属又はこれらの合金から成る金属製品を窒化温度に加熱して前記金属製品の表面に窒化層を形成することを特徴とする金属製品の窒化方法。

## 【請求項 2】

前記窒素含有物質が、ジシアンジアミド、メラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂又はポリウレタン樹脂であることを特徴とする請求項 1 記載の金属製品の窒化方法。

10

## 【請求項 3】

前記金属製品と前記窒化剤とを同一の空間内において加熱することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の金属製品の窒化方法。

## 【請求項 4】

前記窒素含有物質を、廃棄された熱硬化性樹脂製品を回収して得ることを特徴とする請求項 1～3 いずれか 1 項記載の金属製品の窒化方法。

## 【請求項 5】

窒化の対象とする前記金属製品が鉄系の金属製品であり、前記窒化温度が 450～570℃であることを特徴とする請求項 1～4 いずれか 1 項記載の金属製品の窒化方法。

## 【請求項 6】

窒化の対象とする前記金属製品がチタン又はチタン合金であり、前記窒化温度が 700～850℃であることを特徴とする請求項 1～4 いずれか 1 項記載の金属製品の窒化方法。

20

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は窒化方法に関し、より詳細には窒素分を含む熱硬化性樹脂又は前記熱硬化性樹脂の窒素分を含む原料を窒化剤として使用した金属製品の窒化方法に関する。

## 【0002】

## 【従来技術】

窒化处理は、一般に鋼の表面層に窒素を拡散浸透させて硬質の窒化層を形成させる操作であり、機械や構造物の部品等の耐摩耗性、耐疲労性などを向上させるための有効な手段として従来より広く利用されている。

30

## 【0003】

このような窒化处理としては、アルミニウム (Al)、クロム (Cr) を含む窒化鋼をアンモニアガス中で 500～525℃に 50～100 時間保持して行うガス窒化と、NaCN 等を主剤とする塩浴中で約 570℃に処理対象とする金属製品を保持する塩浴窒化法がある。

## 【0004】

前述の窒化方法のうちガス窒化は、電気炉等の加熱手段内に配置された窒化用容器内に、窒化対象とする金属製品を投入すると共にアンモニアガスを継続的に導入し、窒化用容器内において前述の窒化対象とする金属製品とアンモニアガスとを反応させて窒化を行うものである。

40

## 【0005】

この窒化に使用される窒化用容器は、高ニッケル・クロム鋼板 (Ni 19%, Cr 23%) や、モネルメタル (強力耐食性合金・Ni 64～69%, Cu 30～38%, その他 Mn, C, Fe, 融点 1350～1420℃) に 2～3% の Mn を加えた合金等で形成された容器の底に、高さ 20～30 mm の Ni-Cr 鋼の枕を置き、さらにこの枕の上に太さ 2 mm、網目 20 mm 位の Ni 金網を敷いて形成されたものであり、窒化用容器内の前記金網上に窒化すべき品物が並べて収容される。

## 【0006】

50

窒化される金属製品が多数に亘る場合には、さらにこの窒化対象の金属製品上に同様の金網を載せて更に窒化すべき品物を並べ、これに蓋をする。

【0007】

この窒化用容器内には、アンモニアガスが継続的に導入されており、アンモニアガスの導入開始後暫くして窒化用容器中の空気が完全にアンモニアガスに置き換わると、この容器を収容した電気炉によって窒化用容器が加熱され、窒化対象製品及びアンモニアガスが導入された窒化用容器内も加熱される。

【0008】

このアンモニアガスは液状アンモニアを詰めたボンベから窒化用容器内に導入され、アンモニアの導入量は窒化用容器からの排気ガスが常にアンモニアを70～80%を含むように調節されている。

10

【0009】

次に、電気炉内の温度を窒化温度迄上げて約50～100時間窒化した後、窒化用容器を電気炉外に出して150℃以下まで冷却してからアンモニアの送入をやめて蓋を開いて内部に投入された物品を取り出すと、その表面が銀灰色を呈した窒化鋼が得られる。このようにして出来た窒化層はHv1000～1150と非常に硬く、耐摩耗性や耐疲労性が飛躍的に向上した製品を得ることができる。

【0010】

但し、このガス窒化法によってはSUS304のようなオーステナイト系ステンレス鋼では一般に窒化ができない。

20

【0011】

また塩浴窒化法は、NaCN、KCNをほぼ60：40の割合に混合したものに、中性塩・炭酸塩を加えたものを純チタン板を内張したポットの中へ入れ、570℃前後に溶解してそのとき生成されるシアン酸化物(NaCNO、KCNO)によって塩浴窒化する方法であり、使用中には塩浴の中へ空気を吹き込むことによってCOとNの分解を促進しつつ処理する。

【0012】

この塩浴窒化法にあつては、処理温度が570℃付近で行われるので、処理中に変態がなく部品の変形が少ないこと、窒化時間が1～2時間以内で極めて短く、ガス窒化法の50～100時間と比較して格段に処理時間を短縮することができること、および窒化物生成元素を含まない普通鋼にも適用でき、さらに工具鋼に対しても窒化を行える等の利点がある。

30

【0013】

その一方で、この処理を行ったものでは低炭素鋼(C=0.15%程度)の薄鋼板の表面化合物層の硬さはHv500～600位で、前述したガス窒化法に比べてかたさはそれ程高くはないが耐摩耗性が著しく向上する。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

以上に説明した従来の窒化方法にあつては、これに使用される処理装置は極め大掛かりかつ高価である一方、窒化装置自体は比較的小型であり同時に大量の金属製品の窒化処理を行うことはできず、窒化処理に際して発生するランニングコストを高めるものとなっている。

40

【0015】

また、このように窒化装置が比較的小型であるという制約から、例えば自動車のセンターピラーやシャーシのような大型の金属製品を窒化処理の対象とすることはできなかった。

【0016】

そのため、安価かつ簡単な方法により金属製品に対して窒化処理を行うことができると共に、比較的大型の金属製品に対しても安価かつ容易な方法で窒化処理を行うことができる窒化方法の開発が要望されている。

【0017】

50

ところで、電気部品や家庭用電化製品の各種部品やケース、食器や包装用容器等の各種物品において熱硬化性樹脂製品が使用されており、これらの樹脂製品が多量に消費され、廃棄されているが、資源の乏しい我が国において、また、環境問題等に対する社会の感覚が鋭敏化した今日にあっては、このようにして廃棄された樹脂成形品の有用な再利用が図られることが要望されている。

#### 【0018】

本発明は、これらの樹脂製品やその原料の中には窒素成分を含むものがあり、これらを加熱することにより窒素や水素、アンモニア等のガスが発生することに着目し、このような樹脂製品、または該樹脂の原料と成る物質を窒化剤として使用し得ることを見出すことによりなされたもので、メラミンの製造原料であるジシアンジアミドや、メラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン樹脂等のある種の樹脂を窒化剤として窒化対象とする金属製品を窒化する、従来にはない新規な窒化方法を提供することにより、金属製品の窒化を比較的簡易かつ安価に行うことができると共に、たとえばこれらの窒化剤である樹脂を、廃棄された樹脂製品より得ることにより資源の有効利用を図ることのできる窒化方法を提供することを目的とする。

#### 【0019】

##### 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明の金属製品の窒化方法は、窒素分を含む熱硬化性樹脂、又は前記熱硬化性樹脂の原料のうち窒素分を含むものの中から選択された少なくとも一種の窒素含有物質を窒化剤とし、この窒化剤の加熱により発生したガスの存在下で、窒化処理の対象とする鉄又は非鉄金属又はこれらの合金から成る金属製品を窒化温度に加熱して前記金属製品の表面に窒化層を形成することを特徴とする（請求項1）。

#### 【0020】

前述の窒素含有物質としては、ジシアンジアミド、メラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂又はポリウレタン樹脂を使用することができる（請求項2）。

#### 【0021】

前述の窒化方法は、前記金属製品が投入された電気炉や窒化容器等の空間内に前記窒素含有物質を加熱することにより発生したガスを導入することにより行っても良いが、好ましくは前記金属製品と前記窒化剤とを共に同一の加熱炉や窒化用容器内に投入し、又は金属製品と窒化剤とを共にアルミホイルで包んだ状態で加熱する等して、同一の空間内で加熱する（請求項3）。

#### 【0022】

前述の窒素含有物質は、これを廃棄された熱硬化性樹脂製品を回収することにより得ることが好ましい（請求項4）。

#### 【0023】

なお、窒化の対象とする前記金属製品が鉄系の金属製品である場合には、前記窒化温度は450～570℃で（請求項5）、チタン又はチタン合金の場合には、700～850℃とすることが好ましい（請求項6）。

#### 【0024】

##### 【発明の実施の形態】

次に、本発明の実施形態につき以下説明する。

#### 【0025】

本発明の金属製品の窒化方法は、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリウレタン樹脂等の窒素分を含む熱硬化性樹脂、及びメラミン樹脂の原料となるメラミンの中間生成物であるジシアンジアミド等、前記熱硬化性樹脂の窒素分を含む原料（本明細書においてこれらを総称して「窒素含有物質」という。）を窒化剤とし、これらの窒化剤を処理対象の金属製品と共に窒化用容器や加熱炉に入れ、あるいはアルミホイルで包む等して同一の空間内に配置して両者を加熱することにより、又は前述の窒化剤を加熱することにより発生したガスを前述の金属製品が投入された窒化用容器や加熱炉内に導入し、このガス

の存在下において前記金属製品を窒化温度に加熱することにより、処理対象の金属製品と窒化剤中の窒素成分とを反応させて処理対象金属の表面に窒化層を形成するものである。

【0026】

〔処理対象〕

本発明の窒化方法において処理対象とする金属としては、既知の窒化処理において処理対象とすることができる金属についてはこれを処理対象とすることができ、ガス窒化のようにアルミニウム（Al）、クロム（Cr）を含有する窒化鋼に限定されず、後述する実験例において使用したSUS304鋼の他、極軟鋼（SPCC）、機械構造用鋼（SCM415）、工具鋼（SKD11）及び鋳鉄（FCD800）などの鋼一般に対して窒化処理を行うことが可能である。

10

【0027】

また、鋼以外の非鉄金属の合金についても処理対象とすることができ、例えばチタン合金（Ti-6Al-4V）についてもこれを処理対象とすることができる。

【0028】

窒化に際しては、処理対象とする金属製品の表面を必要に応じて研磨等を行っておく。但し、本発明の窒化方法にあつては、窒化処理の対象とする金属製品に錆が発生していたり、油が付着していても窒化には影響がなく、従来のガス窒化等の場合のように処理対象表面に付着した油気の除去や、沸騰水による洗浄、油気を除くために使用された洗剤や酸、アルカリを除去して表面を清浄する等の前処理はこれを省略して工程を簡略化することも可能である。

20

【0029】

〔窒化剤〕

本発明の窒化方法において使用される窒化剤は、窒素分を含む熱硬化性樹脂やこの熱硬化性樹脂の原料のうち窒素分を含むもの、すなわち前述の窒素含有物質のうちの一種又はこれらを数種組み合わせたものを窒化剤として使用することができ、この窒素含有物質としては、具体的にはメラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン樹脂等の熱硬化性樹脂や、メラミンを製造する際の間生成物であるジシアンジアミド等がこれに該当する。

【0030】

また、窒化剤は、例えばバージンのジシアンジアミド、又はメラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン樹脂を使用することもできるが、これらの熱硬化性樹脂は、電気絶縁材料、印刷基板回路、配線器具やスイッチ類、包装用容器のキャップ類、食器類等の素材として多量に使用され、廃棄等されていることから、好ましくは資源の有効利用、コストの低減等の理由からこの窒化剤と成るメラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂及びポリウレタン樹脂等の熱硬化性樹脂を原料とする廃棄樹脂製品を回収し、この回収された樹脂製品を窒化剤として使用する。

30

【0031】

窒化剤として使用する際の前述の樹脂製品の形状は特に限定されず、回収された樹脂製品そのままの状態であっても良く、又は例えばカッタやミル、シュレッダ等により粉末状や片状、所定大の塊状に破碎乃至は粉碎し、これを窒化剤として使用しても良い。

40

【0032】

もっとも、処理対象とする金属製品が比較的小型であり昇温が早いときにはこれを粉末状に破碎して使用することで、窒化剤より容易にガスを発生させることができ有効である。

【0033】

また、これらの窒化剤は窒化用容器や加熱炉等に投入されて使用されることから、回収された樹脂製品が比較的大型である場合等には、前述のように粉末状としたり、又は一例として10～50mm程度の片状に破碎すれば、窒化用容器や加熱炉等に投入し易く取り扱いに便利である。

【0034】

なお、この窒化剤は前述のようにして廃棄物より回収された樹脂を単独で使用しても良く

50

、又は廃棄物より回収された樹脂とバージンの樹脂の粉末を所定量添加して使用しても良く、さらに複数種類の樹脂を混合して使用しても良い。

#### 【0035】

##### 〔窒化処理〕

以上の窒化剤は加熱することにより窒素、水素、アンモニア等を含むガスが発生し、前述の窒化処理対象の金属製品はこのようにして窒化剤の加熱により発生したガスの存在下において窒化温度に加熱される。

#### 【0036】

このように、窒化剤を加熱することにより発生したガスの存在下において金属製品を窒化温度に加熱するためには、別途設けられた窒化剤用の加熱容器内で発生したガスを金属製品が投入された加熱炉や窒化用容器内に導入することにより行っても良いが、本実施形態にあっては窒化剤を処理対象とする金属製品と共に加熱炉や窒化用容器内に投入し、又は処理対象の金属製品と窒化剤とを共にアルミホイル等で包んだ状態で加熱することにより、窒化剤を加熱することにより発生したガスの存在する空間内において金属製品が窒化温度に加熱される。

#### 【0037】

この窒化温度は、窒化対象とする金属製品が鋼及び鋼合金である場合には450℃～570℃であり、チタン合金である場合には700～850℃で窒化を行う。

#### 【0038】

加熱により窒化剤として使用されたジシアンジアミド、あるいはメラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノール樹脂又はポリウレタン樹脂等の樹脂から窒素、水素、アンモニア等が発生するが、処理対象とした金属製品が鋼または鋼合金である場合を例に説明すると、窒化剤中の炭素(C)は鋼表面にFe<sub>3</sub>Cを形成し、これが核となって窒化物ε(N, C等)からなる窒素化合物層を、その直下にはアンモニアの分解(2NH<sub>3</sub>→2N+3H<sub>2</sub>)による窒素が拡散して窒素拡散層を形成し、この2つの層から成る窒化層が形成される。

#### 【0039】

##### 〔実験例〕

次に、本発明の金属製品の窒化方法につき、さらに具体的な実験例を以下説明する。

#### 【0040】

##### 1. 実験方法

本実験例において窒化処理は図1(A)に示す試験片及び図1(B)に示す窒化用容器を用いて行い、処理対象とする試験片は、SUS304鋼の板材(厚さ4mm)を長さ60mm・幅40mmに加工して使用した。

#### 【0041】

この試験片の表面を#400及び#1000のエメリー紙で一様に研磨した後、ジシアンジアミド粉末(50g)とともに図1(B)に示す窒化用容器内に投入し、このようにしてジシアンジアミド粉末と試験片とが入った窒化用容器を図2に示すように電気炉内に配置して所定の温度まで加熱した。

#### 【0042】

このときの昇温速度は、約6℃/minで、窒化温度を一定時間保持した後空冷した。このときの窒化条件を表1に、ヒートパターンを図3に示す。

#### 【0043】

なお、ジシアンジアミドの粉末は、試験片の表面積に対して約0.1g/cm<sup>2</sup>になるように試験片、例えばSPCC等と共に窒化容器内に充填した。

#### 【0044】

##### 【表1】窒化条件

10

20

30

40

温度 (℃)	窒化時間 (h)
4 8 0	6
5 6 5	0, 5, 1, 2, 3, 4, 6

## 【 0 0 4 5 】

## 2. 実験結果

10

図 4 に、ジシアンジアミドの粉末を用いて 5 6 5 ℃、2 時間保持した試験片の横断面組織を示す。図 4 において、窒素化合物層と窒素拡散層から成る窒化層が形成されていることを明瞭に観察することができ、試験片の表面側には約 2 6 μ m の窒素化合物層が、その直下には約 3 0 μ m の窒素拡散層が形成されていることが確認された。

## 【 0 0 4 6 】

図 5 は、窒化処理された試験片表面に対する X 線解析結果を示したものである。図 5 から明らかなようにその表面は  $Fe_3O_4$  の存在から酸化していることを確認できるものの、 $CrN$  や  $Fe_4N$  の存在を確認することができ、これにより本発明の方法により試験片に対して好適に窒化が行われていることを確認することができた。

## 【 0 0 4 7 】

20

また、図 6 に示すように断面における EPMA 線分析によれば、表面近傍では窒素 (N) の濃度が増加し、若干の炭素 (C) の拡散も認められた。

## 【 0 0 4 8 】

図 7 に、各窒化条件における窒化層の厚さと窒化時間の関係を示す。試験片の表面側に形成される窒素化合物層は、窒化時間 1 時間以上ではほぼ一樣な厚さとなるが、これは一定量の窒化剤を用いているためと考えられる。これに対し、窒素拡散層、従って窒素化合物層と窒素拡散層からなる窒化層全体の厚みは窒化時間を長くすることによりその厚みが増大しており、窒化時間を必要に応じて調整することにより所望の厚さの窒化層を形成することも可能である。

## 【 0 0 4 9 】

30

また、窒化温度が 4 8 0 ℃ と低い場合には、窒化温度 5 6 5 ℃ の場合に比較して窒化層の形成が抑制されているものの、このように比較的低い温度下においても窒化層が形成されることが確認された。この温度条件による窒化では窒化時間 6 時間で窒素化合物層及び窒素拡散層の厚さはそれぞれ約 2 0 μ m、約 1 5 μ m (合計約 3 5 μ m) である。

## 【 0 0 5 0 】

図 8 は、試験片の断面における硬度分布を示したもので、最表面付近での表面硬度は加熱温度及び保持時間にかかわらず約 1 3 0 0 H V の硬度を示しており、従来のガス窒化による硬度 (1 0 0 0 ~ 1 1 5 0 H V) と同等以上の硬度となっていることが確認できた。これは、Cr が寄与しているものと考えられる。また、拡散層では約 5 0 0 H V となり、既知の方法により窒化処理した場合との相違は殆ど見られず、本発明の方法による窒化処理は、実用に十分耐え得るものであることを確認することができた。

40

## 【 0 0 5 1 】

図 9 (A) ~ 図 9 (C) に、ジシアンジアミドの粉末中で処理した S P C C の断面組織の例を示す。S P C C の場合の窒素化合物層の厚さは 1 ~ 3 時間の加熱で 2 μ m ほどであるが、窒化が行われていることを確認することができ、また、図 1 0 に示すように表面硬度が約 4 5 0 H V に向上することが確認された。

## 【 0 0 5 2 】

## 〔その他〕

なお、以上の実験例にあつては、窒化剤としてジシアンジアミドの粉末を使用した例を示したが、窒化剤として使用するジシアンジアミドやメラミン樹脂、ユリア樹脂、フェノー

50



ル樹脂又はポリウレタン樹脂等の熱硬化性樹脂は必ずしも粉末状として使用する必要はなく、例えば樹脂製品として存在する場合にはそのままの状態、又は片状、ペレット状乃至は塊状のものを使用する場合であっても好適に窒化処理を行うことが可能である。

#### 【0053】

一例として、一辺ないしは長さが20～50mm程度の片状のメラミン樹脂及びフェノール樹脂を9：1の割合で混合したものを窒化剤として使用し、窒化温度565℃で2時間の窒化処理を行った試験片（SUS304鋼）の断面組織を図11に示す。図11に示すように前述の窒化処理の結果得られた試験片の断面組織からは明らかに窒化層の形成を確認することができ、使用する窒化剤は粉末状のものに限定されることなく他の形態のものであっても本発明の方法による窒化処理に使用することができることが確認できた。

10

#### 【0054】

また、前述した実験例にあつては、ジシアンジアミド粉末を使用してSCM415、FCD800、SKD11、チタン合金（Ti-6Al-4V）から成る試験片についてそれぞれ窒化処理を行ったが、これらの試験片についても窒化層が形成されていることを確認することができ、また、窒化剤を前述のジシアンジアミド粉末に代えて塊状、ペレット状、片状又は粉末状のメラミン樹脂やユリア樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン樹脂等の窒素分を含む熱硬化性樹脂、又はこれらの熱硬化性樹脂を原料とする製品とし、これらにより前記同様各種金属から成る試験片に対して窒化処理を行ったところ、これらの試験片に対しても窒化層が形成されていることを確認することができた。

#### 【0055】

従って、本窒化法は電気炉等の加熱手段があれば、その他に特別な装置を必要とせず容易に窒化処理を行うことができ、しかも500℃以下（一例として480℃前後）の比較的低温の加熱によっても窒化処理を行うことができるため機械部品、金型、工具などはもとより、従来の窒化方法によつては窒化処理が困難であつた自動車のセンタービラーやシャシー等の大型の部品に対しても比較的容易に窒化処理を行うことができる等、広範に適用することができる簡易かつ安価な窒化方法であることを確認することができた。

20

#### 【0056】

##### 【発明の効果】

以上説明した本発明の構成から、本発明の金属製品の窒化方法は以下に示す顕著な効果を有する。

30

#### 【0057】

窒素分を含む熱硬化性樹脂、又は前記熱硬化性樹脂の窒素分を含む原料中から選択された少なくとも一種類の窒素含有物質を窒化剤とし、この窒化剤を加熱すると共にこの加熱により発生したガスの存在下で窒化処理の対象とする金属製品を一定時間加熱・保持することにより、窒化剤に含まれる窒素と処理対象とする金属製品とを反応させるという比較的簡単な方法により金属製品に対して窒化層を形成することができる金属製品の窒化方法を提供することができた。

#### 【0058】

従って、比較的簡単な設備において金属製品に対する固体窒化を行うことができ、例えば少量生産品や比較的大型の金属製品であっても安価かつ容易に窒化を行うことができる窒化方法を提供することができた。

40

#### 【0059】

特に前述の窒化剤の原料を例えば電気絶縁材料、電源カバーやスイッチ類、包装用容器のキャップ等として使用された後、廃棄され、回収されたフェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリウレタン樹脂等の窒素分を含む熱硬化性樹脂製品とすることにより、多量に廃棄されている樹脂製品に対して新たな用途を提供することができ、資源の有効利用を図ることができた。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実験例における実験条件の説明図であり、（A）は試験片、（B）は窒化用容器の形状及びサイズを示す。

50

【図 2】実験例における実験装置の説明図。

【図 3】実験例におけるヒートパターンを示す模式図。

【図 4】本発明の方法により窒化された試験片（SUS304：565℃－2h）の断面顕微鏡写真。

【図 5】本発明の方法により窒化された試験片（SUS304：565℃－2h）の表面X線解析結果。

【図 6】本発明の方法により窒化された試験片（SUS304：565℃－2h）の表面EPMA線分析結果。

【図 7】本発明の方法により窒化された試験片（SUS304：565℃－2h）の窒化層厚さと窒化時間の関係を示すグラフ。

【図 8】本発明の方法により窒化された試験片（SUS304：565℃－2h）のビッカース硬度分布。

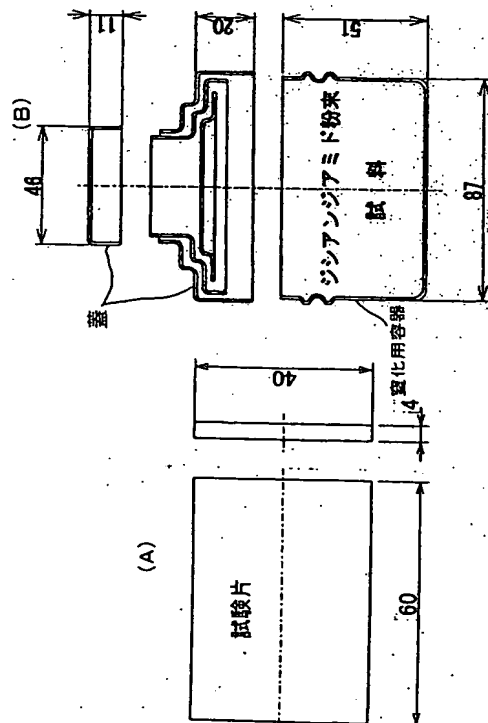
【図 9】本発明の方法により窒化された試験片（SPCC：565℃）の断面組織を示す電子顕微鏡写真であり、それぞれ窒化時間が、（A）は1時間、（B）は2時間、（C）は3時間。

【図 10】本発明の方法により窒化された試験片（SPCC：565℃）の硬度分布を示すグラフ。

【図 11】片状のメラミン樹脂とフェノール樹脂を混合したものを窒化剤として窒化処理を行った試験片（SUS304：565℃－2h）の断面組織を示す電子顕微鏡写真。

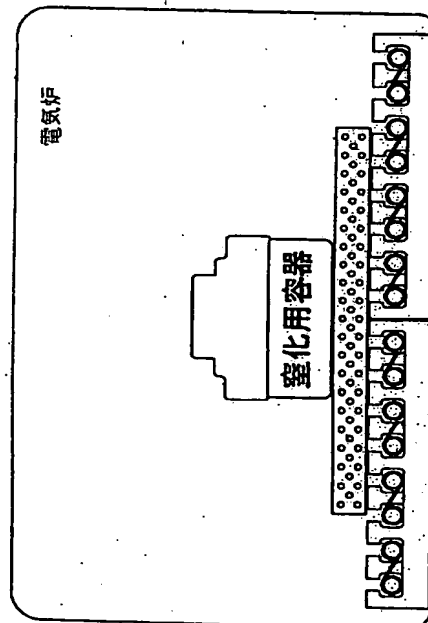
10

【図 1】



試料と窒化剤容器の形状・寸法 (mm)

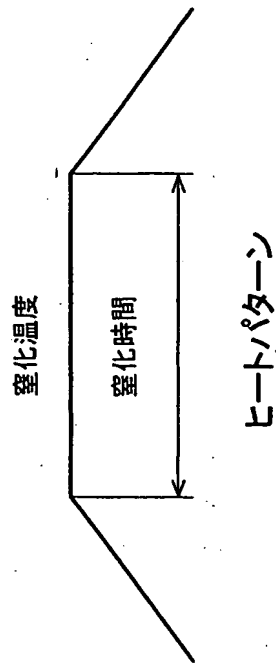
【図 2】



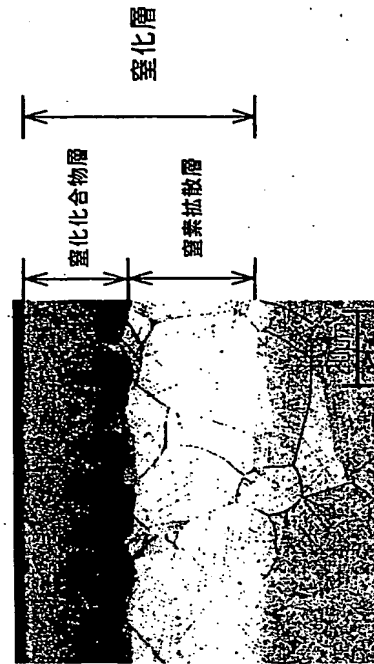
幅 330 mm, 高さ 200 mm, 奥行 330 mm

電気炉による加熱状況

【図 3】

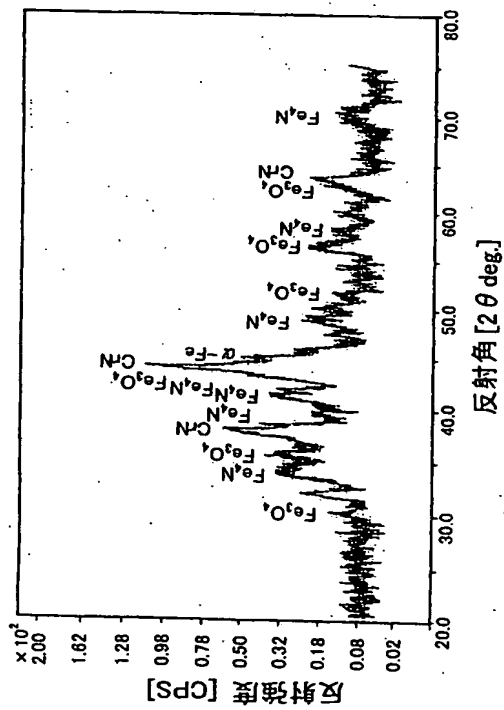


【図 4】



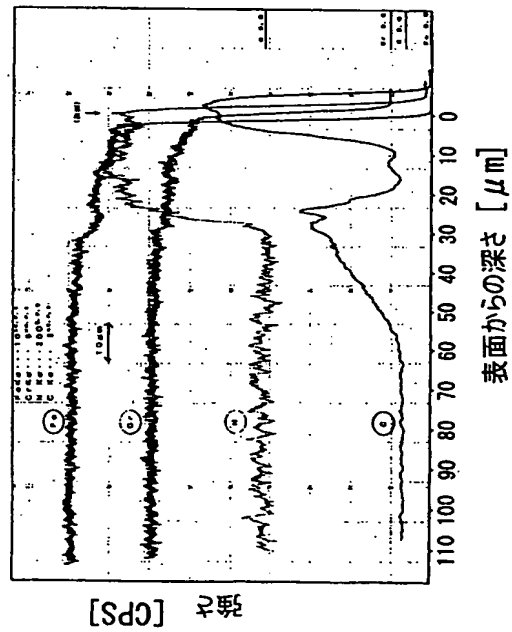
SUS304の断面組織 (565°C-2h)

【図 5】



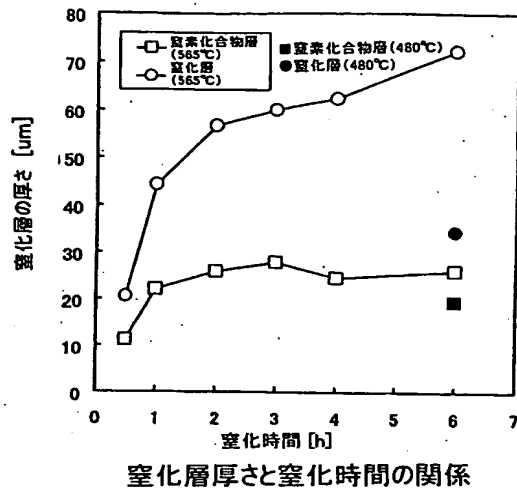
試料表面のX線回折結果 (565°C-2h)

【図 6】

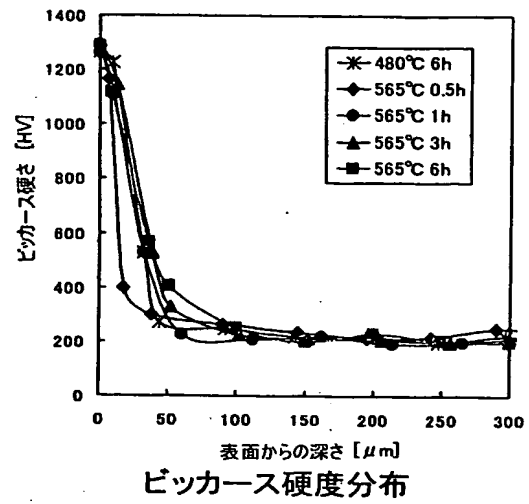


EPMA線分析結果 (565°C-2h)

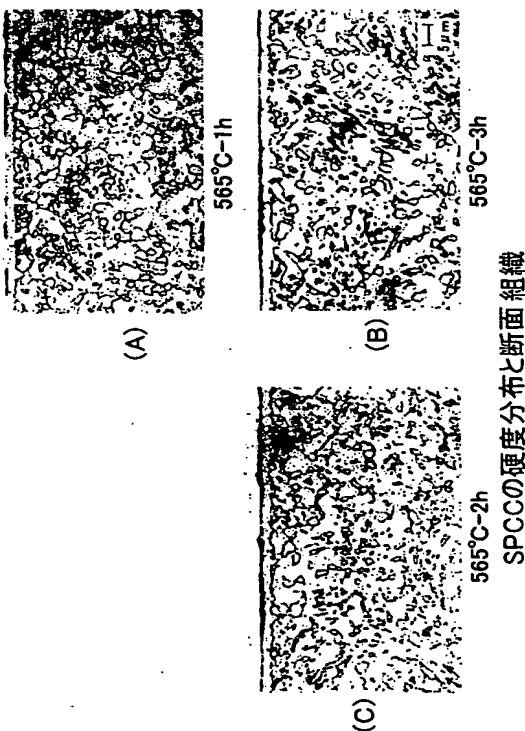
【図 7】



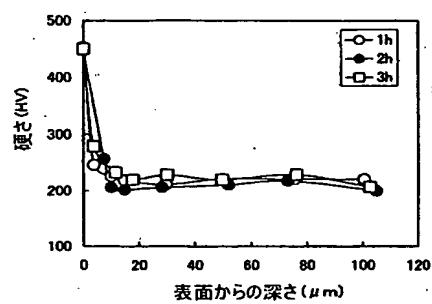
【図 8】



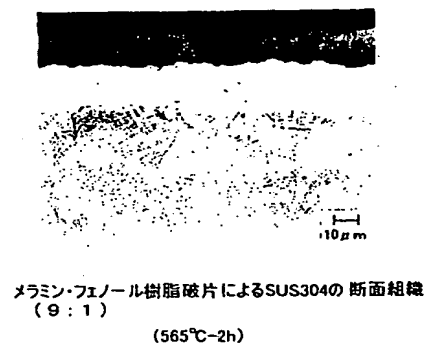
【図 9】



【図 10】



【図 11】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER: \_\_\_\_\_**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**